

## Method for producing liquid particles of a dispersed solution

Patent Number: DE3327137  
Publication date: 1984-02-09  
Inventor(s): AKIYAMA MASAMI (JP); HADA GENTARO (JP); NISHIMURA YOKO (JP)  
Applicant(s): KONISHIROKU PHOTO IND (JP)  
Requested Patent: ☐ DE3327137  
Application Number: DE19833327137 19830727  
Priority Number(s): JP19820135665 19820805  
IPC Classification: B01F3/08; B01F5/06  
EC Classification: B01F7/00G5, G03C1/95, G03F7/115, G03G9/10  
Equivalents: ☐ JP59026129

---

### Abstract

---

The invention relates to a device for the production of liquid particles of a dispersed solution, in which an internal cylinder (5) and an external cylinder (4) rotate relative to one another. This produces either gradual or stepwise changes of a shear load or shear stress to which a mixture of a dispersant and a dispersed

solution is subjected which flows through a gap between the internal and external cylinder (5, 4).

19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift  
11 DE 33 27 137 A 1

51 Int. Cl. 3:  
B 01 F 3/08  
B 01 F 5/06

21 Aktenzeichen: P 33 27 137.2  
22 Anmeldetag: 27. 7. 83  
43 Offenlegungstag: 9. 2. 84

DE 33 27 137 A 1

30 Unionspriorität: 32 33 31  
05.08.82 JP P135665-82

71 Anmelder:  
Konishiroku Photo Industry Co., Ltd., Tokyo, JP

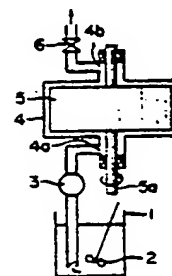
74 Vertreter:  
Henkel, G., Dr.phil., 8000 München; Pfenning, J.,  
Dipl.-Ing., 1000 Berlin; Feiler, L., Dr.rer.nat.; Hänzel,  
W., Dipl.-Ing., 8000 München; Meinig, K.,  
Dipl.-Phys.; Butenschön, A., Dipl.-Ing. Dr.-Ing.,  
Pat.-Anw., 1000 Berlin

72 Erfinder:  
Nishimura, Yoko, Kunitachi, Tokyo, JP; Hada,  
Gentaro, Hachioji, Tokyo, JP; Akiyama, Masami,  
Hino, Tokyo, JP

54 Verfahren zur Herstellung von flüssigen Teilchen einer dispergierten Lösung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Herstellung von flüssigen Teilchen einer dispergierten Lösung, wobei sich ein Innenzylinder (5) und ein Außenzylinder (4) relativ zueinander drehen. Dabei ändert sich eine Scherbelastung bzw. -beanspruchung, die auf ein in einen Spalt zwischen Innen- und Außenzylinder (5, 4) durchströmendes Gemisch eines Dispersionsmittels mit einer dispergierten Lösung ausgeübt wird, allmählich fortlaufend oder stufenweise. (33 27 137)

FIG. 1



27.07.83

3327137

1 Patentansprüche

- 5 1. Vorrichtung zur Herstellung von flüssigen Teilchen einer dispergierten Lösung, gekennzeichnet durch einen Innenzylinder (5) und einen Außenzylinder (4), die relativ zueinander drehbar sind und zwischen sich einen Spalt bzw. Zwischenraum festlegen, in welchem ein Ge-  
10 misch aus einem Dispersionsmittel und einer (darin) dispergierten Lösung in einer Quetschströmung (plug-flow) führbar und dabei einer sich fortlaufend oder stufenweise allmählich ändernden Scherbelastung bzw. -beanspruchung unterwerfbar ist.
- 15 2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Scherbelastung oder -beanspruchung zunimmt.
- 20 3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Außenzylinder (4) vorrichtungsfest ist bzw. stillsteht.
- 25 4. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Spaltweite zwischen Innen- und Außenzylinder (5, 4) im Bereich von 0,1 - 10 mm liegt.
5. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Spaltweite zwischen Innen- und Außenzylinder (5, 4) im Bereich von 0,1 - 10 mm liegt.

30

35

x - 2 -

- 1 Die Erfindung betrifft eine verbesserte Vorrichtung zur Herstellung von flüssigen Teilchen einer dispergierten Lösung in einem Dispersionsmittel.
- 5 Bei bisherigen Vorrichtungen dieser Art werden flüssige Teilchen einer dispergierten Lösung durch Zugabe eines Dispersionsmittels zu der zu dispergierenden Lösung in einem zweckmäßigen Verhältnis in einem Lösungsbe-
- 10 hälter vermischt und das Gemisch mittels einer Dispergiereinrichtung, etwa eines statischen Mischers, eines Homogenisierapparats oder einer Kolloidmühle, bewegt bzw. gerührt. Wenn bei solchen Vorrichtungen von Anfang an eine starke Dispergierwirkung in kurzer Zeit auf das Gemisch ausgeübt wird, so hat dies einen ungünstigen
- 15 (extreme) Einfluß auf die noch nicht vollständig zu Teilchen umgeformte dispergierte Lösung, so daß deren flüssige Teilchen eine weite Teilchengrößenverteilung mit zahlreichen sehr kleinen Teilchen erhalten. Aus diesem Grund erweist es sich als notwendig, die Kraft der Dispergierwirkung zunächst schwach zu wählen und
- 20 dann allmählich zu vergrößern, um (damit) die Entstehung sehr kleiner Teilchen zu verhindern und eine enge Teilchengrößenverteilung zu erreichen. Zur Gewährleistung dieser Ergebnisse muß der Dispergiervorgang
- 25 chargenweise durchgeführt werden; dabei ist es jedoch nötig, die Dispergierwirkung in den einzelnen Stufen fortzusetzen, bis der Dispersionszustand ausreichend gesättigt ist. Anderenfalls würden sich kleine Teilchen auf dieselbe Weise wie dann bilden, wenn eine
- 30 starke Dispergierwirkung von Anfang an ausgeübt wird, was zu einer weiteren Teilchengrößenverteilung führt. Die Erzielung einer gleichmäßigen Dispersion und einer engen Teilchengrößenverteilung nimmt also viel Zeit in Anspruch; außerdem ergibt sich dabei das Problem,
- 35 daß die Gewinnung der erforderlichen Menge dieser

27.07.83

3327137

2.3.

1 flüssigen Teilchen in einem chargenweise arbeitenden System schwierig ist.

5 Aufgabe der Erfindung ist damit die Schaffung einer verbesserten Vorrichtung zur Herstellung von flüssigen Teilchen einer dispergierten Lösung unter Vermeidung der vorstehend geschilderten Probleme und unter Gewährleistung einer sehr engen Teilchengrößenverteilung.

10 Diese Aufgabe wird durch die in den beigefügten Patentansprüchen gekennzeichneten Merkmale gelöst.

15 Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, daß ein Innenzylinder und ein Außenzylinder vorgesehen sind, die mit unterschiedlichen Drehzahlen bzw. relativ zueinander drehbar sind, wobei eine auf ein Gemisch aus einem Dispersionsmittel und einer dispergierten Lösung, das unter Aufrechterhaltung einer Quetschströmung (plug-flow) durch einen Spalt zwischen  
20 Innen- und Außenzylinder strömt, ausgeübte Scherbelastung oder -beanspruchung fortlaufend oder stufenweise allmählich variiert wird, so daß eine gleichmäßige Dispersion der flüssigen Teilchen mit engerer Teilchengrößenverteilung erzielt wird. Als Folge dieser  
25 Eigenschaften können mit dieser Vorrichtung kontinuierlich flüssige Teilchen gleichmäßiger Teilchengröße aus der dispergierten Lösung gewonnen werden.

30 Im folgenden sind bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung anhand der Zeichnung näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Schnittansicht einer Vorrichtung gemäß einer Ausführungsform der Erfindung,

35 Fig. 2 bis 5 Teilschnittansichten anderer Ausführungsformen von Innen- und Außenzylinder der Vorrichtung und

8 - 4.

- 1 Fig. 6 eine graphische Darstellung der Beziehung  
zwischen Gewicht und Teilchengröße.

5 Gemäß Fig. 1 werden ein Dispersionsmittel und eine zu dispergierende Lösung in zweckmäßigem Mischverhältnis in einem Mischbehälter 1 gemischt. Die so gemischte Lösung wird mittels einer Dispergiereinrichtung 2 so dispergiert, daß sich Teilchen einer zweckmäßigen Größe bilden. Bevorzugt besitzt das auf diese Weise hergestellte Dispersionsgemisch einen homogen gemischten Zustand. Das Gemisch wird sodann mittels einer Pumpe 3 in den Spalt zwischen einem Außenzylinder 4 und einem Innenzylinder 5 über einen Einlaß 4a in einem unteren Abschnitt kleinen Durchmessers der Vorrichtung eingeführt. Im Außenzylinder 4 wird der trommelförmige Innenzylinder 5 mittels einer Welle 5a in Drehung gesetzt. Die Mischlösung tritt in einen Spalt an der Mantelfläche des Innenzylinders 5 über einen Spalt zwischen seiner Unterseite und dem Außenzylinder 4 ein, um dann in einen Spalt (Zwischenraum) an der Oberseite des Innenzylinders 5 einzutreten und über einen Auslaß 4b in einem oberen Abschnitt kleinen Durchmessers der Vorrichtung aus dieser auszutreten, worauf das Gemisch über ein Ventil 6 zu einem nicht dargestellten Sammelbehälter überführt wird. Während dieses Vorgangs wirkt auf die Mischlösung, die den Spalt unter der Unterseite des Innenzylinders 5 passiert, eine sich allmählich vergrößernde Scherbelastung bzw. -beanspruchung aufgrund der Umfangsgeschwindigkeit des Innenzylinders 5 ein. Infolgedessen wird das Gemisch anfänglich keiner übermäßigen Scherbeanspruchung unterworfen, so daß aus der dispergierten Lösung unter Vermeidung der Entstehung sehr kleiner Teilchen allmählich Teilchen gebildet werden. Wenn die Lösung den Spalt an der Mantelfläche des Innenzylinders 5 erreicht, wird sie

10  
15  
20  
25  
30  
35

27.07.83

3327137

4 - 5 -

1 einer stabilen bzw. gleichbleibenden Scherbeanspruchung  
unterworfen, weil die Umfangsgeschwindigkeit des Innen-  
zylinders 5 in diesem Bereich konstant ist. Die Lösung  
wird dabei gleichmäßig, wobei die Teilchen be-  
5 züglich ihrer Größe an die vorher gebildeten kleinen  
Teilchen angepaßt werden. Das den Spalt an der Mantel-  
fläche des Innenzylinders 5 passierende Gemisch wird  
somit zu einer Flüssigkeit umgewandelt, die gleich-  
mäßig große Teilchen der dispergierten Lösung enthält.  
10 Der Dispersionszustand des Gemisches ändert sich nach  
dem Durchgang durch den Spalt an der Mantelfläche des  
Innenzylinders 5 nicht, weil anschließend die durch  
die Drehung des Innenzylinders 5 ausgeübte Scherbe-  
anspruchung abnimmt. Die flüssigen Teilchen der disper-  
15 gierten Lösung in dem über das Ventil 6 ausgetragenen  
Gemisch besitzen infolgedessen eine enge Teilchen-  
größenverteilung. Außerdem kann mittels des Ventils 6  
die Verweilzeit des Gemisches in der Vorrichtung  
zwecks Einstellung der Teilchengrößenverteilung der  
20 dispergierten flüssigen Teilchen gesteuert werden.

Bei der Ausführungsform gemäß Figur 2 ist der Innen-  
zylinder 5 kreiselförmig ausgebildet, so daß im Spalt  
zwischen seiner Kegelfläche und dem (konischen) Außen-  
25 zylinder 4 eine sich allmählich erhöhende Scherbean-  
spruchung auf das Gemisch ausgeübt wird. Mit dieser  
Ausführungsform können ebenfalls dispergierte flüssige  
Teilchen enger Teilchengrößenverteilung gewonnen werden.

30 Bei der Ausführungsform gemäß Figur 3 ist der Innen-  
zylinder ähnlich einer abgestuften Riemenscheibe ausge-  
bildet. Während die auf das Lösungsgemisch einwirkende  
Scherbeanspruchung im Zwischenraum an der Mantelfläche  
jeder Stufe konstant ist, wirkt in den radialen  
35 Zwischenräumen (in Richtung auf den Außenumfang) jeder  
Stufe eine allmählich ansteigende Scherbeanspruchung

1 auf das Lösungsgemisch ein.

Bei der Ausführungsform gemäß Figur 4 besitzt der  
Außenzylinder 4 einen konstanten Innendurchmesser,  
5 während der Innenzylinder 5 in Form einer konischen  
Trommel ausgebildet ist. Dabei verändert sich der Spalt  
bzw. Zwischenraum zwischen Außen- und Innenzylinder,  
und das Lösungsgemisch strömt aus einem Bereich eines  
weiteren Spalts in einen engeren Spalt ein. Im Verlauf  
10 der Strömung des Lösungsgemischs vergrößert sich die  
Umfangsgeschwindigkeit des Innenzylinders 5 und ver-  
kleinert sich die Weite des vom Gemisch durchströmten  
Spalts, so daß sich die Strömungsgeschwindigkeit des  
Gemisches erhöht und damit die auf dieses ausgeübte  
15 Scherbeanspruchung allmählich ansteigt.

Im Gegensatz zu Figur 4 veranschaulicht Figur 5 eine  
Ausführungsform, bei welcher sich der Innendurchmesser  
des Außenzylinders 4 konisch bzw. kegelförmig ändert,  
20 während der Innenzylinder 5 die Form einer Trommel  
gleichmäßigen Durchmessers besitzt. Während bei dieser  
Ausführungsform die Umfangsgeschwindigkeit des Innen-  
zylinders 5 konstant ist, verengt sich der Spalt im  
Strömungsverlauf des Lösungsgemisches. Infolgedessen  
25 erhöht sich die Strömungsgeschwindigkeit bei allmählicher  
Zunahme der auf die Lösung ausgeübten Scherbeanspruchung.

Bei den vorstehend beschriebenen Ausführungsformen  
wird somit ein Lösungsgemisch in der erfindungsgemäßen  
30 Vorrichtung einer sich allmählich oder fortlaufend  
ändernden Scherbeanspruchung unterworfen, so daß  
dispergierte flüssige Teilchen einer engen Teilchen-  
größenverteilung kontinuierlich hergestellt werden  
können. Bei den beschriebenen Ausführungsformen liegen  
35 die Spaltbreiten zwischen Innen- und Außenzylinder  
vorzugsweise in der Größenordnung von 0,1 bis 10mm.



27.07.63

3327137

8 - 7 -

- 1 Die erfindungsgemäße Vorrichtung eignet sich insbesondere für die Herstellung von Tonerteilchen für elektrophotographische Zwecke sowie Mattiermittelteilchen für photographische Filme und dergleichen. Ein aus gleichmäßig  
5 großen Teilchen bestehender Toner bzw. ein Mattiermittel kann aus einer Lösung von Bestandteilen des Toners oder Mattiermittels, wie Kohlenstoff usw., und eines Polymerisation-Ansprimmittels in einem monomeren Kunstharz sowie einem durch Eintragen eines Dispersionsstabilisators  
10 in Wasser hergestellten Dispersionsmittels und durch Polymerisieren und Aushärten der flüssigen Teilchen der dispergierten Lösung durch Erwärmen eines Lösungsgemisches in einem Auffang- oder Sammelbehälter oder Erwärmen des durch das Ventil 6 strömenden Lösungsgemisches  
15 gewonnen werden.

Im folgenden ist die Erfindung anhand eines Beispiels und eines Vergleichsbeispiels näher erläutert.

20 Beispiel

- Die Erzeugung dispergierter flüssiger Teilchen erfolgt mittels einer Lösung, die durch Zugabe einer zweckmäßigen Menge von Benzoylperoxid als Polymerisationskatalysator zu einem Styrolmonomeren zubereitet worden ist, und eines  
25 Dispersionsmittels, das durch Zugabe einer zweckmäßigen Menge eines Polyvinylalkohols und/oder von Natriumdodecylbenzolsulfonat als Dispersionsstabilisator zu destilliertem Wasser zubereitet worden ist. Das Verhältnis von Lösung zu Dispersionsmittel beträgt 3:7.  
30 Die Lösung wird im Mischbehälter der Vorrichtung gemäß Figur 1 in Form von Teilchen einer Größe von etwa 200 µm im Dispersionsmittel vordispergiert. Das vordispergierte Lösungsgemisch wird mit einer Strömungs- oder Durchsatzmenge von 1 l/min der Vorrichtung zugeführt, deren Innenzylinder mit 2500/min umläuft. Die über das Ventil (6)  
35 austretenden dispergierten flüssigen Teilchen besitzen eine sehr gleichmäßige Teilchengröße

- 8 -

- 1 von etwa 20  $\mu\text{m}$ . Aus diesem Lösungsgemisch kann ein  
Pulver einer sehr engen Teilchengrößenverteilung ge-  
wonnen werden.

5 Vergleichsbeispiel

- Eine Lösung aus einer zweckmäßigen Menge Benzoylperoxid  
als Polymerisationskatalysator in 300 ml Styrolmonomeres  
und ein Dispersionsmittel aus einer zweckmäßigen Menge  
Polyvinylalkohol und/oder Natriumdodecylbenzolsulfonat  
10 als Dispersionsstabilisator in 700 ml destillierten  
Wassers werden in einen Flüssigkeitsbehälter eingebracht  
und mittels eines handelsüblichen Homogenisier-Strahlmisch-  
apparats (HOMO-JETTER) miteinander vermischt, wobei die  
Turbinendrehzahl des Mischapparats von anfänglich  
15 1000/min in Schritten von 1000/min stufenweise bis zu  
einer Enddrehzahl von 4000/min erhöht wird. Jede  
Drehzahlstufe wird 20 Minuten lang eingehalten.

- Die auf diese Weise hergestellten dispergierten flüssigen  
20 Teilchen besitzen eine mittlere Teilchengröße von 20  $\mu\text{m}$ .

- Die Teilchengrößenverteilungen der nach dem erfindungs-  
gemäßen Beispiel und dem Vergleichsbeispiel erhaltenen  
Teilchen sind in Figur 6 dargestellt. Wie aus Figur 6  
25 hervorgeht, besitzen die mittels der erfindungsgemäßen  
Vorrichtung hergestellten dispergierten flüssigen Teilchen  
eine engere Teilchengrößenverteilung als beim Vergleichs-  
beispiel, bei dem die Scherbelastung bzw. -beanspruchung  
stufenweise geändert wurde.

30

35

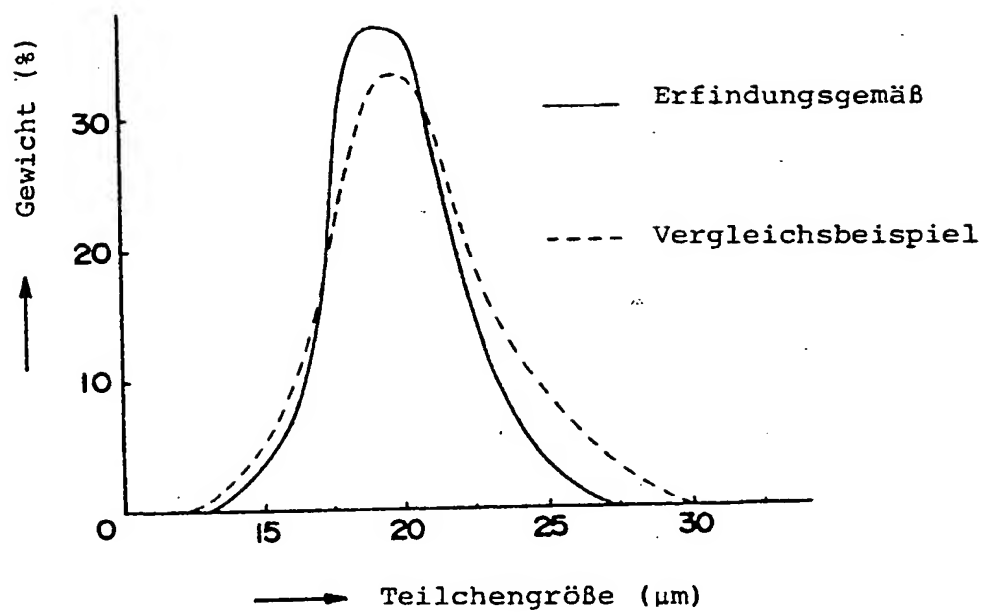
-9-  
Leerseite

40783

- 10 -

3327137

FIG. 6



27078

-11-

Nummer:  
Int. Cl.<sup>3</sup>:  
Anmeldetag:  
Offenlegungstag:

33 27 137  
B 01 F 3/08  
27. Juli 1983  
9. Februar 1984

FIG. 1

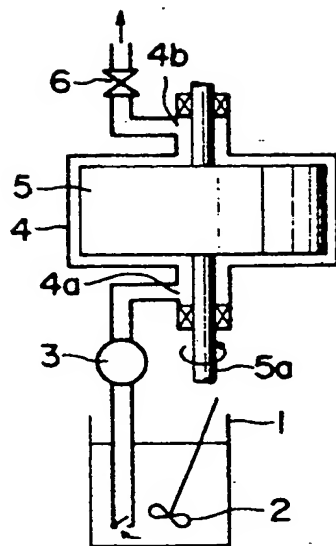


FIG. 2

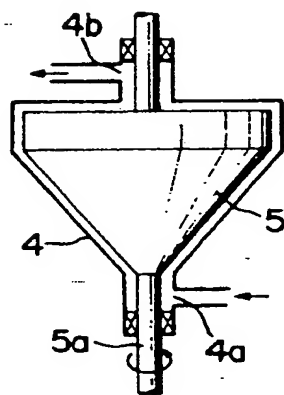


FIG. 3

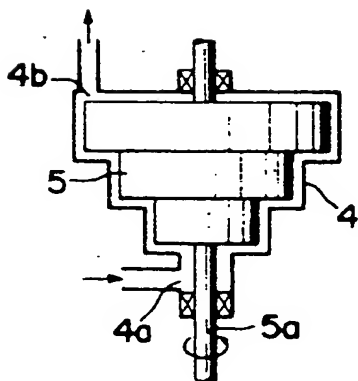


FIG. 4

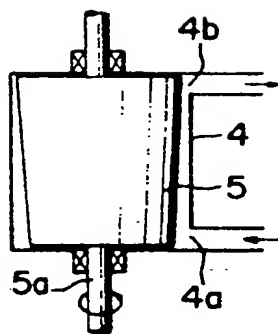


FIG. 5

